







PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

| | | |
|---|-----------|---|
| <p>(51) 国際特許分類6 B22F 9/30</p> | <p>A1</p> | <p>(11) 国際公開番号 WO98/26889</p> <p>(43) 国際公開日 1998年6月25日(25.06.98)</p> |
| <p>(21) 国際出願番号 PCT/JP97/04648</p> <p>(22) 国際出願日 1997年12月17日(17.12.97)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平8/355318 1996年12月19日(19.12.96) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 巴製作所(TOMOE WORKS CO., LTD.)(JP/JP) 〒552 大阪府大阪市港区波除6丁目3-1 Osaka, (JP) 大阪市(OSAKA MUNICIPAL GOVERNMENT)(JP/JP) 〒530 大阪府大阪市北区中之島1丁目3番20号 Osaka, (JP)</p> <p>(71) 出願人 (EPについてのみ) 大研化学工業株式会社(DAIKEN CHEMICAL CO.)(JP/JP) 〒536 大阪府大阪市城東区放出西2丁目7番19号 Osaka, (JP)</p> <p>(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 長澤 浩(NAGASAWA, Hiroshi)(JP/JP) 〒573 大阪府枚方市南中振2丁目80-10 Osaka, (JP) 中許昌美(NAKAMOTO, Masami)(JP/JP) 〒665 兵庫県宝塚市仁川高台2丁目5番26号 Hyogo, (JP)</p> | | <p>(74) 代理人 弁理士 三枝英二, 外(SAEGUSA, Eiji et al.) 〒541 大阪府大阪市中央区道修町1-7-1 北浜TNKビル Osaka, (JP)</p> <p>(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p> |
| <p>(54)Title: ULTRAFINE PARTICLES AND PROCESS FOR THE PRODUCTION THEREOF</p> <p>(54)発明の名称 超微粒子及びその製造方法</p> <p>(57) Abstract Ultrafine particles excellent in dispersion stability, characterized by being mainly composed of an organometallic compound and a metal component resulting from the organometallic compound, the core of each particle being made substantially of the metal component and the organometallic compound surrounding the core, and by having a mean particle diameter of 1 to 100 nm; and a process for producing them on an industrial scale.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>金属有機化合物 Organometallic compound</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>有機基 Organic group</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>金属原子 Metal atom</p> </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">  </div> | | |

(57) 要約

分散安定性に優れた超微粒子を工業的規模で製造することを主な目的として、金属有機化合物及び当該金属有機化合物に由来する金属成分から主として構成されており、実質的にその中心部が金属成分からなり、その周りが金属有機化合物により取り囲まれている、平均粒径が1～100nmであることを特徴とする超微粒子、及びその製造方法を提供する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード（参考情報）

| | | | | | | | |
|----|--------------|----|---------|----|-------------------|----|------------|
| AL | アルバニア | FI | フィンランド | LT | リトアニア | SN | セネガル |
| AM | アルメニア | FR | フランス | LU | ルクセンブルグ | SZ | スワジランド |
| AT | オーストリア | GB | 英国 | LV | ラトヴィア | TD | チャド |
| AU | オーストラリア | GE | グルジア | MC | モナコ | TG | トーゴ |
| AZ | アゼルバイジャン | GH | ガーナ | MD | モルドヴァ | TJ | タジキスタン |
| BA | ボスニア・ヘルツェゴビナ | GN | ギニア | MG | マダガスカル | TM | トルクメニスタン |
| BB | バハマ | GW | ギニア・ビサウ | MK | マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国 | TR | トルコ |
| BE | ベルギー | GU | グアム | | | TT | トリニダード・トバゴ |
| BG | ブルガリア | HT | ハイチ | ML | マリ | UA | ウクライナ |
| BJ | ベナン | HU | ハンガリー | MN | モンゴル | UG | ウガンダ |
| BR | ブラジル | IL | イスラエル | MR | モリタニア | US | 米国 |
| BY | ベラルーシ | IN | インド | MW | マラウイ | UZ | ウズベキスタン |
| CA | カナダ | IS | アイスランド | MX | メキシコ | VN | ベトナム |
| CC | 中央アフリカ共和国 | IT | イタリア | NE | ニジェール | YU | ユーゴスラヴィア |
| CG | コンゴ | JP | 日本 | NL | オランダ | ZW | ジンバブエ |
| CH | スイス | | | NZ | ニュージーランド | | |
| CI | コートジボワール | KE | ケニア | PL | ポーランド | | |
| CM | カメルーン | KR | 韓国 | PT | ポルトガル | | |
| CN | 中国 | KP | 北朝鮮 | RO | ルーマニア | | |
| CU | キューバ | KZ | カザフスタン | RU | ロシア | | |
| CC | キプロス | LA | ラオス | SE | スウェーデン | | |
| CZ | チェコ | LR | リベリア | SG | シンガポール | | |
| DE | ドイツ | | | SI | スロベニア | | |
| DK | デンマーク | | | SK | スロバキア | | |
| EE | エストニア | | | SL | シエラレオネ | | |
| | スペイン | | | | | | |

明 細 書

超微粒子及びその製造方法

技 術 分 野

本発明は、超微粒子及びその製造方法に関する。

5

背 景 技 術

粒子径が100nm以下の超微粒子は、その特性が一般の粒子とは大きく異なる。例えば、金(Au)の場合、粒子径が10nm以下になると融点が大きく低下する等の特性が見られる。また、これらの超微粒子は、高い触媒作用をもつなど今後いろいろな分野で新しい可能性を持つ材料である。特に、金属超微粒子は、電子材料用の配線形成材料として、低温焼結ペースト等への応用が考えられている。

しかしながら、これまでの超微粒子の製造方法では種々の問題点がある。例えば、原料となる金属を真空中、若干のガスの存在下で蒸発させることによって気相中から金属の超微粒子を得る方法が知られている。ところが、この方法では、一般的に、一度に得られる超微粒子の生成量が少ない。また、金属を蒸発させるために電子ビーム、プラズマ、レーザー、誘導加熱等の装置が必要であり、生産コスト上の問題もあることから、大量生産に適しているとは言い難い。しかも、これらの気相法により

得られる超微粒子は、比較的凝集し易いという物性上の欠点もある。

上記気相法に対し、液相中から超微粒子を調製する方法も提案されている。例えば、疎水性反応槽内でアンモニア性硝酸銀錯体溶液を還元して銀超微粒子を製造する方法が知られている。しかしながら、液相法により得られる超微粒子も凝集性が比較的強い。

また、これらの製法の場合、安定に分散させるために界面活性剤によりコーティングし、保護コロイド化する必要があるが、それでもなお分散安定性という面では改善の余地がある。

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明に係る超微粒子の模式図である。

図 2 は、実施例 1 で得られた超微粒子の粒子構造を示す図（イメージ図）である。

図 3 は、実施例 1 で得られた超微粒子の X 線回折分析の結果を示す図である。

発 明 の 開 示

このように、分散安定性に優れた超微粒子を工業的規模で生産する上において、さらに新たな技術が切望されているのが現状である。従って、本発明は、分散安定性に優れた超微粒子を工業的規模で製造することを主な目

的とする。

本発明者は、上記の従来技術の問題に鑑み、鋭意研究を重ねた結果、特定の製造方法により得られる超微粒子は、その特異な構成に基づき特有の性質を発現することを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、下記の超微粒子及びその製造方法に係るものである。

1. (a)金属有機化合物及び(b)当該金属有機化合物に由来する金属成分から主として構成されており、実質的にその中心部が金属成分からなり、その周りが金属有機化合物により取り囲まれている、平均粒径が1～100nmであることを特徴とする超微粒子。

2. 金属有機化合物を、空気を遮断した不活性ガス雰囲気下において、その金属有機化合物の分解開始温度以上、かつ、完全分解温度未満の温度で加熱することを特徴とする超微粒子の製造方法。

以下、本発明に係る超微粒子及びその製造方法について詳細に説明する。

本発明の超微粒子は、(a)金属有機化合物及び(b)当該金属有機化合物に由来する金属成分から主として構成されており、実質的にその中心部が金属成分からなり、その周りが金属有機化合物により取り囲まれている、平均

粒径が1～100nmであることを特徴とする。

本発明において、上記(a)の金属有機化合物は、有機金属化合物のほか、金属アルコキシド等も包含する。金属有機化合物としては、特に制限されず、またいずれの市販品も使用できる。例えば、ナフテン酸塩、オクチル酸塩、ステアリン酸塩、安息香酸塩、パラトルイル酸塩、n-デカン酸塩等の脂肪酸塩、イソプロポキシド、エトキシド等の金属アルコキシド、金属のアセチルアセトン錯塩等が挙げられる。これらの中でも、特にオレイン酸塩、パラトルイル酸塩、ステアリン酸塩、n-デカン酸塩、金属エトキシド、金属アセチルアセトネート等が好ましい。脂肪酸塩としては、特に直鎖脂肪酸が好ましく、炭素数は通常6～30程度、より好ましくは10～18である。

また、金属有機化合物は、単独で又は2種以上併用することができる。金属有機化合物の金属も特に制限されず、最終製品の用途等に応じて適宜選択することができる。

上記(b)の金属成分は、上記金属有機化合物に由来するものであれば特に制限されないが、好ましくはCu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Si、Ge、Sn、Pd、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、I

r、Pt、V、Cr、Mn、Y、Zr、Nb、Mo、Ca、Sr、Ba、Sb及びBiの少なくとも1種とする。本発明の金属成分としては、これらの金属単体、これらの金属の混合物、合金、金属間化合物等のあらゆる状態を包含する。

本発明の超微粒子における金属成分の比率は、最終製品の用途等に応じて適宜設定できるが、通常は50～90重量%程度とすれば良い。例えば、金属コーティング用に用いる場合は通常50～80重量%程度、特に60～80重量%とするのが好ましい。

本発明の超微粒子の構造を模式図を図1に示す。本発明の超微粒子は、(a)金属有機化合物及び(b)当該金属有機化合物に由来する金属成分から主として構成されており、実質的にその中心部が金属成分からなり、その周りを金属有機化合物が取り囲んだ状態となっている。ここで、金属有機化合物とそれに由来する金属成分の両者は、その一部又は全部が化学的に結合した状態で一体化して存在している。この点において、従来の界面活性剤によるコーティング品と異なる。

また、実質的に金属成分からなる中心部（金属コア）には、金属有機化合物、それに由来する有機質成分等も含まれる場合があり、これらも本発明に包含される。同

様に、金属コアの周りを取り囲む部分は実質的に金属有機化合物から構成されているが、その他にも金属有機化合物に由来する金属成分、有機質成分等が含まれていても良い。

- 5 超微粒子の平均粒径は、通常 1 ～ 1 0 0 n m 程度であるが、最終製品の用途等により変更することが可能である。例えば、金属コーティング用に用いる場合は通常 1 ～ 5 0 n m 程度、好ましくは 1 ～ 1 0 n m とする。

- 10 本発明の超微粒子は、例えば金属有機化合物を、空気を遮断した不活性ガス雰囲気下において、その金属有機化合物の分解開始温度以上、かつ、完全分解温度未満の温度範囲内で加熱することによって製造することができる。

- 15 金属有機化合物としては、特にその種類は制限されず、前記で挙げたものを使用することができる。これらの中でも、特にオレイン酸塩、パラトルイル酸塩、ステアリン酸塩、n-デカン酸塩、金属エトキシド、金属アセチルアセトネート等が好ましい。

- 20 金属有機化合物の金属成分については、例えばそれより得られる超微粒子を金属コーティング膜用に用いる場合は、その金属成分が主として金属コーティング膜を形成することになるので、その用途等に応じて適宜選択す

れば良い。具体的には、金属コーティング膜用に用いる場合は、ステアリン酸銀、オレイン酸銅等を使用できる。これらは市販品もそのまま使用しても良い。

5 なお、例えば昇華性があったり、急激に分解する等の特性を有する金属有機化合物であっても、昇華性を押さえるために高沸点の溶剤を加える等の工夫により有効に使用することができる。

10 また、本発明方法では、例えば2種以上の金属を含む金属有機化合物を予め混合することによって合金型の超微粒子を調製することも可能である。

15 出発原料としての金属有機化合物の形態は特に制限されず、固体（粉末状、顆粒状）、液体等のいずれのものであっても良い。また、固体の場合、融点をもつ化合物であっても、あるいは融点をもたない化合物であっても良い。本発明では、特に融点をもつ化合物が好ましく、このような化合物として脂肪酸塩等を好適に用いることができる。融点をもたない化合物を用いる場合は、その化合物を溶解でき、かつ、その化合物の分解開始温度より高い沸点を有する溶媒に溶かしてから加熱すれば良い。

20 加熱温度は、金属有機化合物が完全に分解しない限り特に制限されない。すなわち、その金属有機化合物の分解開始温度以上、かつ、完全分解温度未満の温度範囲内

とすれば良い。分解開始温度とは、その金属有機化合物の有機質成分が分解しはじめる温度をいい、また完全分解温度とはその金属有機化合物の有機質成分が完全に分解してしまう温度をいう。この温度範囲内において、金属有機化合物の種類等に応じて加熱温度を適宜設定すれば良い。例えば、分解開始温度が約 200℃であり、完全分解温度が約 400℃である金属有機化合物の場合、200℃～400℃の温度範囲内に加熱温度を保持すれば良い。なお、保持時間は、加熱温度等に応じて適宜変更することができる。

加熱雰囲気は、空気を遮断した不活性ガス雰囲気であれば良く、不活性ガスとしては窒素、二酸化炭素、アルゴン、ヘリウム等を使用できる。これらは、気流として用いることが好ましい。

また、加熱するに際し、金属有機化合物に各種アルコール類を添加することもできる。これにより、加熱温度（分解開始温度）を低くできる等の効果が得られる。アルコール類としては、少なくとも上記効果が得られる限り特に制限されず、例えばグリセリン、エチレングリコール、ラウリルアルコール等が挙げられる。アルコール類の添加量は、用いるアルコールの種類等に応じて適宜定めることができるが、通常は金属有機化合物 100 重

量部に対して 5 ～ 20 重量部程度、好ましくは 10 ～ 15 重量部とすれば良い。

さらに、本発明の製造方法では、これらの成分以外にも、本発明の効果を妨げない範囲において、流動パラフィン、各種石油系高沸点溶媒、油脂等の公知の各種添加剤を配合することによって作業性等を改善することが可能である。

加熱が終了した後、必要に応じて精製を行う。精製方法は、公知の精製法も適用でき、例えば遠心分離、膜精製、溶媒抽出等により行えば良い。

本発明の製造方法では、特に金属有機化合物を一定雰囲気下で比較的低温で加熱処理することにより、従来とは異なる構造の超微粒子を得ることができる。

すなわち、本発明の超微粒子は、金属コアの周りを金属有機化合物が取り囲んだ構造になっているため、分散安定性に優れ、溶剤に分散させると可溶化状態となる。例えば、そのままトルエン、ヘキサン、ケロシン等に分散して用いても良く、また公知のペースト化剤に配合してペーストとして用いることもできる。

このような特徴をもつ本発明の超微粒子は、電子材料（プリント配線、導電性材料等）、磁性材料（磁気記録媒体、電磁波吸収体、電磁波共鳴器等）、触媒材料（高

速反応触媒、センサー等）、構造材料（遠赤外材料、複合皮膜形成材等）、セラミックス・金属材料（焼結助剤、コーティング材料等）、医療材料等の各種の用途に幅広く用いることが可能である。

5 発明を実施するための最良の形態

以下、実施例を示し、本発明の特徴とするところをより一層明確にする。

実施例 1

10 金属有機化合物としてステアリン酸銀を用いて超微粒子を調製した。

まず、公知の方法に従ってステアリン酸銀を調製した。市販のステアリン酸ナトリウムを純水に 60℃ に加熱溶解した。別に当量の硝酸銀を純水に溶解し、先のステアリン酸ナトリウム水溶液に加えた。析出したステアリン酸銀を吸引濾過器を用いて濾別した後、乾燥機を用いて乾燥した。

20 このようにして得られたステアリン酸銀 100 g を秤量し、これを容量 500 ml のナス型フラスコに投入し窒素気流下（流量 100 ml/min.）で加熱した。加熱温度は 250℃ とし、この温度で 4 時間保持した。加熱に伴って白色のステアリン酸銀は、はじめに溶融し、その後加熱分解して変性し、徐々に変色して最終的には紫

色になった。得られた試料を溶媒抽出により精製して粉末を得た。

この変性した粉末を透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が約 5 nm の超微粒子から構成されていた。そのイメージ図を図 2 に示す。さらに、粉末 X 線回折を行ったところ、金属銀のコアが確認された。その結果を図 3 に示す。また、熱分析により金属成分の比率を求めたところ、有機基が約 25 重量% を占めており、元素分析の結果等からステアリン酸基であることが確認できた。

さらに、この超微粒子からなる粉末をトルエン及び n-ヘキサンにそれぞれ分散させたところ、いずれの場合にも沈殿は認められず、透明な状態となった。すなわち、可溶化状態となっていることが認められた。

上記可溶状態の超微粒子をポリイミド上に塗布し、乾燥した後に加熱すると、約 220 °C で容易に焼結して銀コーティング膜が形成された。

実施例 2

金属有機化合物としてオレイン酸銅を用いて超微粒子を調製した。

まず、公知の方法に従ってオレイン酸銅を調製した。市販のオレイン酸ナトリウムを純水に 60 °C に加熱溶解した。別に当量の硝酸銅を純水に溶解し、先のオレイン

酸ナトリウム水溶液に加えた。析出した油状のオレイン酸銅を分液ロートを用いて分離した。

このようにして得られたオレイン酸銅 100 g を秤量し、これを容量 500 ml のナス型フラスコに投入して
5 窒素気流下（流量 100 ml/min.）で加熱した。加熱温度は 300 °C とし、この温度で 4 時間保持した。加熱に伴って加熱分解して変性し、徐々に変色して最終的に濃緑色になった。得られた試料を溶媒抽出により精製して粉末を得た。

10 この変性した粉末を透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が約 10 nm の超微粒子から構成されていた。さらに、粉末 X 線回折を行ったところ、金属銅のコアが確認された。

この超微粒子からなる粉末をトルエン及びベンゼンに
15 それぞれ分散させたところ、いずれの場合にも沈殿は認められず、透明な状態となった。すなわち、可溶化状態となっていることが認められた。

これをガラス基板上に塗布し、窒素雰囲気下加熱すると、約 250 °C で容易に焼結して銅コーティング膜が形
20 成された。

実施例 3

金属有機化合物としてパラトルイル酸ニッケルを用い

て超微粒子を調製した。

まず、公知の方法に従ってパラトルイル酸ニッケルを調製した。市販のパラトルイル酸と水酸化ナトリウムを純水に入れて60℃に加熱溶解し、パラトルイル酸ナトリウムを得た。別に当量の塩化ニッケルを純水に溶解し、先のパラトルイル酸ナトリウム水溶液に加えた。析出したパラトルイル酸ニッケルを吸引濾過器を用いて濾別した後、乾燥機を用いて乾燥した。

このようにして得られたパラトルイル酸ニッケル100gを秤量し、これを容量500mlのナス型フラスコに投入しアルゴン気流下（流量100ml/min.）で加熱した。加熱温度は290℃とし、この温度で5時間保持した。加熱にともなってパラトルイル酸ニッケルは、はじめに溶融し、その後加熱分解して変性し、徐々に変色して最終的には青緑色になった。得られた試料を精製して粉末を得た。

この粉末で粉末X線回折を行ったところ、金属ニッケルのコアが確認された。透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が約10nmの超微粒子から構成されていた。さらに、また、熱分析により金属成分の比率を求めたところ、有機基が約30重量%を占めており、元素分析の結果等からパラトルイル酸基であることが確認できた。

さらに、この超微粒子からなる粉末をケロシンに分散させたところ、透明な状態となった。

実施例 4

金属有機化合物としてオレイン酸銀を用いて超微粒子
5 を調製した。

まず、公知の方法に従ってオレイン酸銀を調製した。
市販のオレイン酸ナトリウムを純水に 60℃ に加熱溶解
した。別に当量の硝酸銀を純水に溶解し、先のオレイン
酸ナトリウム水溶液に加えた。析出したオレイン酸銀を
10 吸引濾過器を用い濾別した後、乾燥機を用いて乾燥した。

このようにして得られたオレイン酸銀 100 g を秤量
し、これを容量 500 ml のナス型フラスコに投入し、
沸点 250℃ のナフテン系炭化水素溶媒を 100 ml 加
え、ヘリウム気流下（流量 100 ml/min.）で加熱し
15 た。加熱温度は 250℃ とし、この温度で 4 時間保持し
た。加熱にともなって白色のオレイン酸銀は、はじめに
溶融し、その後加熱分解して変性し、徐々に変色して最
終的には紫色の液体になった。得られた試料を限外濾過
膜にて精製して粉末を得た。

20 この変性した粉末を透過型電子顕微鏡で観察したとこ
ろ、粒径が約 4 nm の超微粒子から構成されていた。さ
らに、粉末 X 線回折を行ったところ、金属銀のコアが確

認められた。また、熱分析により金属成分の比率を求めたところ、有機基が約20重量%を占めており、元素分析の結果等からオレイン酸基であることが確認できた。

さらに、この超微粒子からなる粉末をトルエン及びn-ヘキサンにそれぞれ分散させたところ、いずれの場合にも沈殿は認められず、透明な状態となった。すなわち、可溶化状態となっていることが認められた。

実施例 5

金属有機化合物としてn-デカン酸銀を用いて超微粒子を調製した。

まず、公知の方法に従ってn-デカン酸銀を調製した。市販のn-デカン酸と水酸化ナトリウムを純水に入れ、60℃に加熱溶解してn-デカン酸ナトリウムを得た。別に当量の硝酸銀を純水に溶解し、先のn-デカン酸ナトリウム水溶液に加えた。析出したn-デカン酸銀を吸引濾過器を用い濾別した後、乾燥機を用いて乾燥した。

このようにして得られたn-デカン酸銀100gを秤量し、これを容量500mlのナス型フラスコに投入し、エチレングリコールを加え窒素気流下（流量100ml/min.）でオイルバスを用いて加熱した。加熱温度は150℃とし、この温度で4時間保持した。加熱に伴って白色のn-デカン酸銀は、はじめに溶融し、その後加熱

分解して変性し、徐々に変色して最終的には紫色になった。得られた試料を溶媒抽出により精製して粉末を得た。

さらに、この超微粒子からなる粉末をトルエン及びn-ヘキサンにそれぞれ分散させたところ、いずれの場合にも沈殿は認められず、透明な状態となった。すなわち、
5 可溶化状態となっていることが認められた。

実施例 6

金属有機化合物としてニオブエトキシドを用いて超微粒子を調製した。

10 ニオブエトキシドは液状で、市販のものを使用した。
このニオブエトキシドを10 g 秤量し、これを容量100 ml のナス型フラスコに投入し、流動パラフィンを加え、アルゴン気流下（流量100 ml / min.）で用いて加熱した。加熱温度は150℃とし、この温度で4時間
15 保持した。加熱に伴ってニオブエトキシドは、はじめに加熱分解して変性し、徐々に変色して最終的には灰色になった。得られた試料を溶媒抽出により精製して粉末を得た。この粉末を透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が約20 nmの超微粒子から構成されていた。

20 実施例 7

金属有機化合物として銅アセチルアセトネートを用いて超微粒子を調製した。

17

銅アセチルアセトネートは市販のものを使用した。この銅アセチルアセトネート 10 g を秤量し、これを容量 100 ml のナス型フラスコに投入し、キシレンを加え、窒素気流下（流量 100 ml / min.）で加熱した。加熱温度は 150 °C とし、この温度で 4 時間分間保持した。加熱に伴って銅アセチルアセトネートは加熱分解して変性し、徐々に変色して最終的には緑色になった。得られた試料を遠心分離により精製して粉末を得た。この変性した粉末を透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が約 50 nm の超微粒子から構成されていた。

15

20

請 求 の 範 囲

- 1 (a)金属有機化合物及び(b)当該金属有機化合物に由来する金属成分から主として構成されており、実質的にその中心部が金属成分からなり、その周りが金属有機化合物により取り囲まれている、平均粒径が1～100nm
5 mであることを特徴とする超微粒子。
- 2 金属成分が、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Si、Ge、Sn、Pd、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、V、Cr、Mn、
10 Y、Zr、Nb、Mo、Ca、Sr、Ba、Sb及びBiの少なくとも1種である請求項1記載の超微粒子。
- 3 金属成分の含有量が50～90重量%である請求項1又は2に記載の超微粒子。
- 4 金属有機化合物を、空気を遮断した不活性ガス雰囲気
15 気下において、その金属有機化合物の分解開始温度以上、かつ、完全分解温度未満の温度で加熱することを特徴とする超微粒子の製造方法。
- 5 不活性ガスとして窒素、二酸化炭素、アルゴン及びヘリウムの少なくとも1種の気流を用いる請求項4記載
20 の製造方法。
- 6 金属有機化合物が、脂肪酸塩である請求項4記載の製造方法。

7 加熱に際し、金属有機化合物にアルコール類を添加する請求項4～6のいずれかに記載の製造方法。

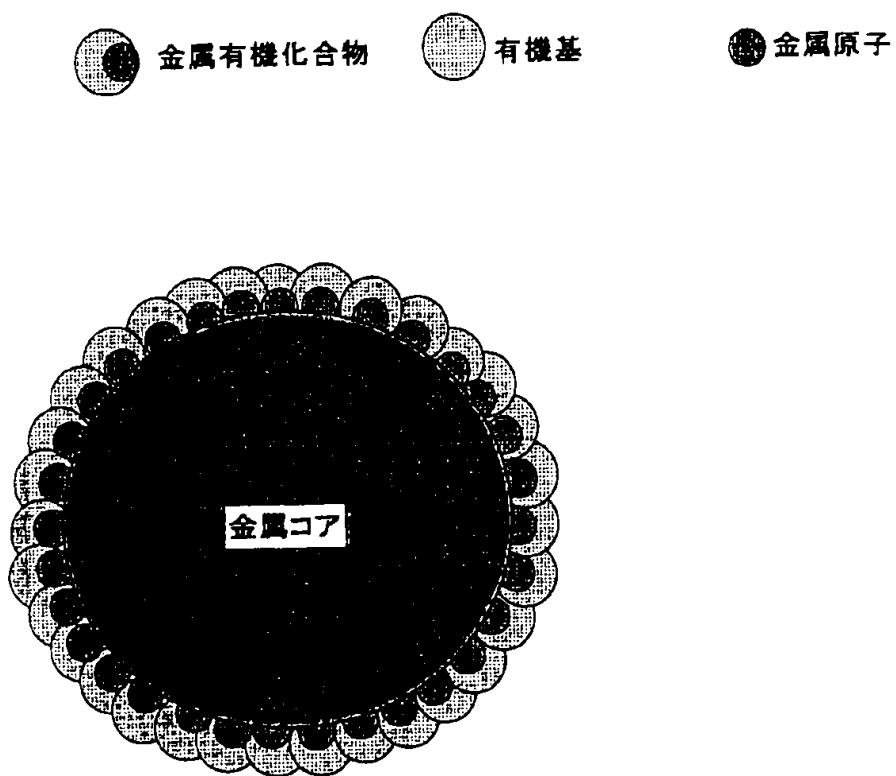
5

10

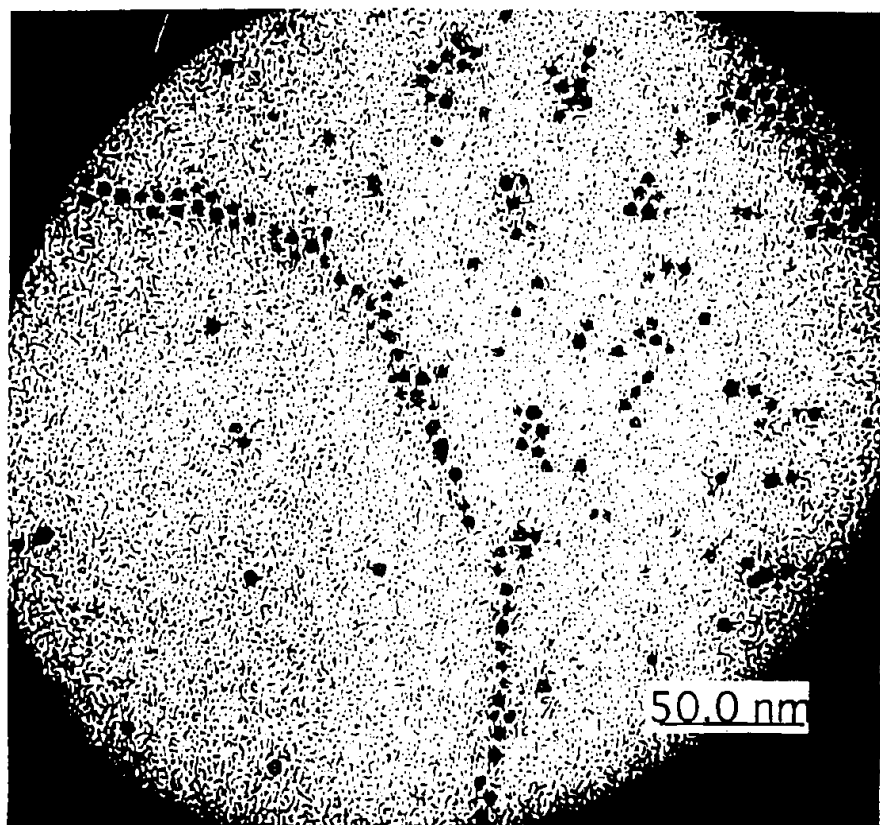
15

20

【図 1】



【 図 2 】



3 / 3

【 図 3 】

